

Granular adsorbent

Patent Number: US4707290
Publication date: 1987-11-17
Inventor(s): KOCH OTTO (DE); SEITER WOLFGANG (DE)
Applicant(s): HENKEL KGAA (DE)
Requested Patent: JP61138697
Application Number: US198500807065 19851209
Priority Number(s): DE1984344960 19841210
IPC Classification: C11D17/06
EC Classification: C11D1/72, C11D3/08, C11D3/12G2F, C11D3/37C6B, C11D11/02
Equivalents: DE3444960, EP0184794, A3, B1, ES8608924, JP1945440C, JP6076596B

Abstract

The present invention relates to a granular adsorbent having a high uptake capacity for liquid ingredients of detergents and cleaning preparations, comprising (a) 60 to 80 wt. % of a cation-exchanging, synthetic aluminosilicate selected from the group consisting of zeolite A, zeolite X and mixtures thereof, said aluminosilicate containing water of hydration; (b) 0.05 to 5 wt. % of sodium silicate having a Na₂O to SiO₂ mol ratio within the range of about 1:2 to about 1:3.5; (c) 3 to 15 wt. % of a homopolymer of a monomer selected from the group consisting of acrylic acid, methacrylic acid and maleic acid; or a copolymer made by polymerizing a mixture containing at least one of said monomers, and (d) 8 to 18 wt. % of water removable at a temperature of about 145 DEG C. The adsorbent may optionally include up to 5 wt. % of a nonionic surfactant. The adsorbent has an average particle size within the range of about 0.2 to 1.2 mm, and a bulk density in the range of about 400 to 700 g/l.

Data supplied from the esp@cenet database - 12

⑫ 公開特許公報 (A) 昭61-138697

⑬ Int.Cl.¹
 C 11 D 3/00
 B 01 J 20/18
 C 11 D 3/12
 3/37

識別記号 庁内整理番号
 6660-4H
 7106-4G
 6660-4H
 6660-4H 審査請求 未請求 発明の数 2 (全8頁)

⑭ 公開 昭和61年(1986)6月26日

⑮ 発明の名称 粒状吸着剤及びその製造法

⑯ 特願 昭60-272658

⑰ 出願 昭60(1985)12月5日

優先権主張 ⑱ 1984年12月10日⑲ 西ドイツ(D E)⑳ P3444960.4

㉑ 発明者 ヴォルフガング・ザイター ドイツ連邦共和国ノイス21・ローアベールヴェーク 7

㉒ 発明者 オットー・コツホ ドイツ連邦共和国ライヒリンゲン・フォーゲルヴァルテ 15

㉓ 出願人 ヘンケル・コマンディートゲゼルシャフト・アウフ・アクチエン ドイツ連邦共和国デュッセルドルフ1・ヘンケルシユトラーゼ 67

㉔ 代理人 弁理士 矢野 敏雄 外1名

明細書

1 発明の名称

粒状吸着剤及びその製造法

2 特許請求の範囲

1. 液状ないしペースト状の洗浄剤成分及び清潔剤成分に対して高い吸収能力を有する粒状吸着剤において、次の成分：

- (a) カチオン交換能力を有する、微結晶性で合成の、結合水を含有する、ゼオライトム及び／又はゼオライトNa₂Oの組のアルミニウムナトリウム 60～80重量%、
- (b) 組成 Na₂O:SiO₂ = 1:2～1:3.5の珪酸ナトリウム 0.1～5重量%、
- (c) ナトリウム塩又はカリウム塩の形の單離化合物又は共離化合物のアクリル酸、メタクリル酸及び／又はマレイン酸 3～15重量%、

- (d) 14.5℃の乾燥温度で除去可能な水 8～18重量%、
- (e) ポリグリコールエーテル基を有する非イ

オン性界面活性剤 0～5重量% を含有し、この場合吸着剤は、0.2～1.2mmの平均粒径を有し、0.05mm未満の粒径を有する含分は、2重量%よりも多くなく、2mmを超える粒径を有する含分は、5重量%よりも多くなく、かつ尚重量は、400～700g/m²であることを特徴とする、粒状吸着剤。

2 次の成分：

- | | |
|-------|------------|
| 成分(a) | 6.5～7.5重量% |
| 成分(b) | 0.2～3重量% |
| 成分(c) | 4～12重量% |
| 成分(d) | 1.0～1.6重量% |
| 成分(e) | 0.5～4重量% |
- を含有する、特許請求の範囲第1項記載の柔軟剤。

3. 粒子少なくとも80重量%、殊に少なくとも90重量%が0.1～1.2mmの大きさを有し、この場合0.1～0.05mmならびに1.2～2mmの粒子の含分は、1.0重量%、殊に5重量%を超えない、特許請求の範囲第1項又は第2

項に記載の薬剤。

4. 重量が 500 ~ 650 g / L である、特許請求の範囲第 1 項又は第 2 項に記載の薬剤。
5. 成分(b)の含有量が 1 ~ 3 重量% である、特許請求の範囲第 1 項から第 4 項までのいずれか 1 項に記載の薬剤。
6. 成分(b)がポリアクリル酸又はそのマレイン酸との共重合体からなる、特許請求の範囲第 1 項から第 4 項までのいずれか 1 項に記載の薬剤。
7. 少なくとも 1 つの非イオン性界面活性剤ならびにその洗浄剤及び清浄剤において常用の他の添加剤との混合物で処理生成物に対して 2 ~ 4.5 重量% で含浸されている、特許請求の範囲第 1 項から第 6 項までのいずれか 1 項に記載の薬剤。
8. 添加剤が酵素、吸生剤、液体白土、增白剤、螢光増白剤ならびにアニオニン性界面活性剤及びカチオニン性界面活性剤の種類の化合物から選択されている、特許請求の範囲第 7 項記載

成分、殊に液状ないしは 40°C よりも低い温度で溶解する非イオン性界面活性剤に対して高い吸収能力を有する粒状吸着剤に関する。

従来技術：

非イオン性界面活性剤は、周知のように、極めて高い清浄能力を有し、このことは、この非イオン性界面活性剤を殊に冷水用洗浄剤ないしは 60°C - 洗浄剤に使用するのに適当なものとする。しかし、その含有量は、噴霧乾燥による一般に普通の洗浄剤製造の観に本質的に 8 ~ 10 重量% を越えて上昇させることができない。それというのも、それはとにかく噴霧塔の排気の際の過大な煙形成ならびに噴霧粉末の不足せる流動性を生じるからである。従つて、液状ないしは溶解した非イオン性界面活性剤を先に噴霧乾燥した粉末上に混合するかないしは粗体物質上に喷霧するような方法が開発された。粗体物質としては、効い、殊に噴霧乾燥した樹脂塩、樹脂塩ないしは過酸化塩、アルミノ硫酸ナトリウム(ゼオライト)、二酸化珪素(エーロジル)

の薬剤。

2. 非イオン性界面活性剤ないしは添加剤で処理した吸着剤が微粉状被覆剤で被覆されている、特許請求の範囲第 1 項から第 8 項までのいずれか 1 項に記載の薬剤。

1. 液状ないしペースト状の洗浄剤成分及び清浄剤成分に対して高い吸収能力を有する粒状吸着剤の製造法において、水 50 ~ 65 重量% を含有する、成分(a)~(d)ならびに場合によつては(e)の水性配合物をノズルにより沈殿空間中に噴霧し、150 ~ 280 °C の入口温度及び 50 ~ 120 °C の出口温度を有する乾燥ガスにより 145 °C で除去しうる 8 ~ 18 重量% の含水量に乾燥することを特徴とする、粒状吸着剤の製造法。

3 発明の詳細な説明

産業上の利用分野：

本発明は、特に樹脂塩不含ないしは樹脂塩含有の洗浄剤及び清浄剤に使用するのに適した、液状ないしペースト状の洗浄剤成分及び清浄剤

又は一定の方法で先に製造された塩混合物が提案されたが、しかし全ての公知の薬剤は、ある程度の欠点を有する。樹脂塩は、その高発泡化特性のために堅々不都合となる。樹脂塩ないしは過酸化塩は、液状物質に対して制限された吸収能力のみを有し、このことは、液粒状ゼオライトにも当てはまり、硅藻土及びエーロジルのような特殊な吸着剤は、灰分を洗浄剤中ないしは清浄化すべき物質上で上昇させ、洗浄作用に対しても全く寄与しない。

多数の成分からなりかつ多くの場合に噴霧乾燥によつて得られる吸着性粗体粒子は、例えば米国特許明細書第 3,849,327 号、同第 3,886,098 号及び同第 3,838,027 号ならびに同第 4,269,722 号(西ドイツ国特許明細書第 2,742,683 号)の記載から公知である。しかし、この殊に非イオン性界面活性剤の低着を発揮する粗体粒子は、著量の樹脂塩を含有し、このことは、その使用法を制限する。樹脂塩不含の粗体粒子は、西ドイツ国特許明細

特許第3206265号の記載から公知である。この換膜塩不含の粗体粒子は、炭酸ナトリウムないしは炭酸水素ナトリウム25～52%、ゼオライト10～50%、珪酸ナトリウム0～18%及びペントナイト1～20%ないしはポリアクリレート0.05～2%からなる。しかし、換膜塩の高い含量は、硬水中での炭酸カルシウムの形成を有利なものにし、ひいては動脈壁上での皮脂の形成ないしは洗濯機中の発泡体を有利なものにする。更に、前記した粗体粒子の吸収能力は制限されている。混合される液状ないしは膠状非イオン性界面活性剤の含量が25重量%よりも多い場合には、生成物の流动性は著しく減少し、30重量%を超えると不満足なものになる。

発明が解決しようとする問題点：

従つて、前記欠点を阻止しかつなお高い吸着能力を有する粒状吸着剤を開発するという課題が存在した。

問題点を解決するための手段：

る粒径を有する含分は、5重量%よりも多くなく、かつ尚重量は、400～700g/m²であることを特徴とする。

60～80重量%、特に65～75重量%の含量で存在している成分向は、結合水を含有する、特にゼオライトM型の合成アルミニウムナトリウムからなる。更に、ゼオライトNaX及びそのゼオライトNaAとの混合物は使用することができます。この場合この種の混合物中のゼオライトNaXの含量は、有利に30%よりも低く、殊に20%よりも低い。適当なゼオライトは、30μmを超える大きさを有する粒子を全く有さず、少なくとも80%が10μm未満の大きさの粒子からなる。西ドイツ特許明細書

第2412837号の記載により測定されるこのゼオライトのカルシウム結合能力は、100～200mgCaO/gの範囲内にある。

成分向は、組成Na₂O：SiO₂ = 1：2～1：3.5、特に1：2.5～1：3.3の珪酸ナトリウムからなる。また、異なるアルカリ含量を有す

本発明の対象は、液状ないしペースト状の洗浄剤成分及び清潔剤成分に対して高い吸収能力を有する粒状吸着剤であり、この粒状吸着剤は、次の成分：

- (a) カチオン交換能力を有する、微結晶性で合成分の、結合水を含有する、ゼオライトA及び／又はゼオライトNaXの型のアルミニウムナトリウム 60～80重量%
 - (b) 組成 Na₂O : SiO₂ = 1 : 2～1 : 3.5 の珪酸ナトリウム 0.1～5重量%
 - (c) ナトリウム塩又はカリウム塩の形の単独鹽合体又は共存合体のアクリル酸、メタクリル酸及び／又はマレイン酸 3～15重量%
 - (d) 145℃の乾燥温度で除去可能な水 8～18重量%
 - (e) ポリグリコールエーテル基を有する非イオン性界面活性剤 0～5重量%
- を含有し、この場合吸着剤は、0.2～1.2μmの平均粒径を有し、0.05μm未満の粒径を有する含分は、2重量%よりも多くなく、2μmを超える珪酸塩の混合物、例えばNa₂O : SiO₂ = 1 : 2と、Na₂O : SiO₂ = 1 : 2.5～3.5とからの混合物を使用することもできる。珪酸ナトリウムの含量は、0.1～5重量%，特に0.2～3重量%である。

成分(b)は、単独鹽合体及び／又は共存合体のカルボン酸ないしはそれらのナトリウム塩又はカリウム塩からなり、この場合には、ナトリウム塩が有利である。適当な単独鹽合体は、ポリアクリル酸、ポリメタクリル酸及びポリマレイン酸である。適当な共存合体は、アクリル酸とメタクリル酸とのようなものであるかないしはアクリル酸、メタクリル酸又はマレイン酸と、ビニルエーテル、例えばビニルメチルエーテルもしくはビニルエチルエーテル、さらにビュルエスチル、例えばビュルアセテートもしくはビュルプロピオネート、アクリルアミド、メタクリルアミド及びエチレン、プロピレン又はステロールとの共存合体である。成分の1つが親官能基を全く有しないかかる共存合体の場合、

その量は、十分な水溶性に因るして70モルよりも多くなく、特に60モルが未満である。例えば、欧州特許明細 第25551号に特徴表示がなされているような、アクリル酸ないしはメタクリル酸と、マレイン酸との共重合体は、特に好適であることが判明した。これは、アクリル酸ないしはメタクリル酸40～90重量%及びマレイン酸60～10重量%を含有する共重合体である。特に有利なのは、アクリル酸45～85重量%及びマレイン酸55～15重量%が存在しているような共重合体である。

単独重合体ないしは共重合体の分子量は、一般に1000～150000、特に1500～100000である。吸着剤に対するそれらの含量は、3～15重量%、特に4～12重量%である。多酸ないしはその塩の含量が上昇すると、摩擦に対する粒子の安定性は増大する。4～5重量%の含量の場合には、既に十分な耐摩耗性が達成される。多酸ないしはその塩8～12重量%を有する混合物は、最適な摩耗性を

有するアルキルフェノールポリグリコールエーテルは、使用することができる。最後に、ブルロニクス(Bluronics[®])の表示で市販されている、エチレンオキシドとプロピレンオキシドとからのブロック重合体も当てはまる。非イオン性界面活性剤は、通常、粒状吸着剤を製造する際に、界面活性剤が分散液安定剤として作用するようなゼオライト・水性分散液から出発する場合に存在する。詳細な場合には、非イオン性界面活性剤は、西ドイツ特許明細書第2527388号に記載されているように、全部又は部分的に他の分散液安定剤によつて代えることもできる。

吸着剤の平均粒度は、0.2～1.2mmであり、この場合0.05mmを下げる粒子の含量は、2重量%よりも多くなく、2mmを上る粒子の含量は、5重量%よりも多くない。特に、粒子の少なくとも80重量%、殊に少なくとも90重量%は、0.1～1.2mmの大きさを有し、この場合0.1～0.05mmの粒子の含量は、10重量%よりも多くなく、殊に5重量%よりも多くなく、

有する。

145℃の乾燥温度で除去可能な含水量は、8～18重量%、特に10～16重量%である。高い温度で過度される、ゼオライトによつて結合された水の他の成分は、この量で含有されてない。

吸着剤は、非イオン性界面活性剤を任意の成分として5重量%まで、特に0.5～4重量%の含量で含有することができる。適當な非イオン性界面活性剤は、殊に12～18個の炭素原子及び3～10個のエチレングリコールエーテル基を有する線状又はメチル分枝鎖状(オキソ基)アルコールのエトキシ化生成物である。更に、該水基中のO-原子数及びグリコールエーテル基に因るして記載した脂肪アルコールエトキシレートに相当する、ビニルのジオール、アミン、チオアルコール及び脂肪族アミドのエトキシ化生成物は、使用することができる。更に、アルキル基中の5～12個のO-原子及び3～10個のエチレングリコールエーテル基を有す

る同様に1.2～2mmの粒子の含量は、10重量%よりも多くなく、殊に5重量%よりも多くない。

吸着剤の著重量は、400～700g/m²、特に500～650g/m²である。

この薬剤は、本質的に、極めて良好な運動導動性を有する、丸味をつけた粒子からなる。この極めて良好な運動導動性は、液状ないしは半液状洗浄剤成分、殊に非イオン性界面活性剤の、吸着質に対して40重量%までであることができる大きい含量を有する粒子が含浸されている場合にもなお与えられている。この性質の点でこの粒子は、これまで知られていた、洗浄剤及び清浄剤に対して使用しうるものと提案された粗体粒子材料よりも卓越している。

更に、本発明の対象は、本発明による粒状吸着剤の製造法である。この方法は、水50～65重量%を有する、成分(i)～(ii)ならびに場合によつては(i)の水性配合物をノズルにより沈殿空間中に噴霧し、150～280℃の入口温度及び50～120℃の出口温度を有する乾燥

ガスにより145℃で除去しうる8~18質量%の含水量に乾燥ば乾燥することを特徴とする。

水性配合物の含水量は、5.5~6.2質量%であるのが有利である。その温度は、特に50~100℃であり、粘度は5000~20000 mPa·sである。噴霧圧は、多くの場合20~120バール、特に30~80バールである。噴霧すべき配合物以外に圧縮空気を導入するともできる二物質流ノズルを使用するのが有利である。一般に、燃料ガス又は燃料油を燃焼させることによつて得られる乾燥ガスは、特に向流で導かれる。水性配合物を塔の上部で多数の高圧ノズルを介して噴霧するような所謂乾燥塔を使用する場合には、塔状通路(すなわち、塔の下部中の入口の直前)内で測定された入口温度は、150~280℃、特に180~250℃、殊に190~250℃である。塔を去る、混分で負荷された廃ガスは、通常50~120℃、特に55~105℃の温度を有する。

吸着剤を非イオン性界面活性剤で含浸させな

~2質量%の含量で使用することができる。例えば、微粉状ゼオライト、珪藻エーロゲル〔エーロジル(Aerosil[®])〕、無色又は着色顔料、例えば二酸化チタンならびに既に粒子もしくは洗剤粒子を粉化するために提携された他の粉末材料、例えば微粉状トリポリ磷酸ナトリウム、磷酸ナトリウム、珪藻マグネシウム及びカルボキシメチルセルロースが当てはある。

粒状吸着剤は、添加剤の施与後に水溶性高分子から離脱することもできる。使用可能な被覆剤は、例えば水溶性セルロースエーテルであるかないしは成分側として挙げた高分子ならびにポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン及びポリアクリルアミドである。

吸着すべき添加剤は、公知の非イオン性界面活性剤からなることができ、例えばそれは、通常洗浄剤及び清浄剤に使用される。他の適当な添加剤は、洗浄剤及び清浄剤の浄化能力を特に脂肪汚染物に比して改善しかつこうして1つの粒状清浄剤に問題なしに合体させることができ

ければならない場合には、この非イオン性界面活性剤は、なお熱い噴霧生成物上に被覆することができるばかりでなく、既に冷却されたかないしは冷却後に再び加熱される噴霧生成物上に噴霧することもできる。粒子の耐摩耗性及び形状不変性は、記載した量比を維持するかないしは製造条件を維持する際に、液組合分又は粗大団塊の形成を生じることなしに新しく調製された、殊に冷却された、場合によつては再び加熱された完成粒子を普通の噴霧混合条件下で液状添加剤で処理し、混合し、かつ還流することもできるような程度の高さである。

液状添加剤の施与後、粒子は、場合によつてはなお液状粉末と一緒に噴霧することができるかないしは表面で被覆することができる。それによつて、流动性は、なおさらに改善され、質量を僅かに上昇させることができる。適当な粉化剤は、0.001ないし最高で0.1%、特に0.05%未満の粒度を有し、添加剤で負荷する吸着剤に対して0.03~3質量%、特に0.05

のような有機溶剤である。しかし、また酵素、殺虫剤、芳香物、無性白土、増白剤、螢光増白剤及びアニオン性又はカテオン性界面活性剤のような敏感な物質は、有機溶剤中ないしは液状又は液膜非イオン性界面活性剤中に予め溶解したかないしは分散させた後に吸着剤に混入させることができる。この物質は、溶解剤ないしは分散剤と一緒に多孔性粒子中に浸入し、こうして他の粉末成分粒子との相互作用から保護されている。

本発明による吸着剤は、噴霧乾燥の代りに構造造粒によつて、例えば粉末状ゼオライト(1)、珪藻ナトリウム(2)の水溶液及び高分子カルボン酸(3)もしくはその塩の水溶液を高動床中に導入し、その中で造粒し、かつ乾燥することにより得ることもできる。この構造造粒は、通常的にもパフチ法でも実施することができる。

実施例：

次に、本発明を実施例につき詳説する：

1. 振拌装置を装備した配合物容器内で次の成

分を混合した：

ゼオライト NaA 4.5.0 重量 g、エチレンオキシド 5 モルと反応させた $\text{Si}_{12} \sim \text{Si}_{18}$ - 牛脂アルコール 1.5 重量 g、NaOH 0.3 重量 g 及び水 5.3.2 重量 g を含有する分散液

30.2.2 kg、

アクリル酸 - マレイン酸 - 共重合体 - ナトリウム塩の 4.0 重量 g の溶液 45.0 kg、

組成 $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 = 1 : 3.3$ の建設ナトリウムの 34.5 重量 g の溶液 11.3 kg、

軟化水 41.5 kg。

使用したゼオライトは、1 ~ 8 μ の粒度を有し、この場合 8 μ を越える含量は、6 重量 % であつた。20 μ を越える含量は、存在しなかつた。ポリカルボン酸としては、分子量 70000 を有する、アクリル酸とマレイン酸とからの共重合体 [ソカラン (Sokalan[®])] がナトリウム塩の形で使用された。

82 °C の温度及び 9500 mPa's の粘度を有する懸濁液を 4.0 気圧の圧力で塔中に噴霧し、

粉混合装置 [レーディグ (LÖDIGE) - ミキサー] 中で非イオン性界面活性剤の溶融された混合物を喷霧した。成着剤の温度は 20 °C であり、界面活性剤溶液液の温度は 50 °C であつた。界面活性剤混合物は、5 個の E0 (エチレンオキシド基) を有する牛脂アルコール 30.1 重量 g、14 個の E0 を有する牛脂アルコール 34.6 重量 g 及び 7 個の E0 を有するオレイルアルコール - セチルアルコール混合物 35.3 重量 g (沃来値 53) からなつていた。

比較のために、強い、非イオン性界面活性剤を吸収するために特別に開発された、市販のトリポリ磷酸ナトリウム [テルムホス・エル (Thermphos L[®])]、極めて高い吸着能力を有する、噴霧乾燥した炭酸ナトリウム - 硫酸ナトリウム - 混合物を基礎とする市販の吸着剤 [スノーライト (Snowlite[®])] 及び本発明により使用されたゼオライトの場合と同じ粒子スペクトルを有する、噴霧乾燥した粉末状ゼオライト NaA が使用された。

この塔中で 226 °C の温度 (環状通路内で測定した) を有する乾燥ガスを噴霧生成物との向流で導いた。乾燥ガスの出口温度は 57 °C であつた。噴霧塔を去る粒状吸着剤は、次の組成を有した：

ゼオライト NaA 74.5 重量 g (無水物質 68.4 重量 g に相当)、

共重合体 - Na- 塩 9.0 重量 g、

珪酸ナトリウム 2.0 重量 g、

水 12.2 重量 g (145 °C で除去可能)、

エトキシル化脂肪アルコール 2.3 重量 g。

簡便分析によつて測定された粒子スペクトルにより、次の重量分布が得られた：

1.6 を越える 0.8 まで 0.4 まで 0.2 まで 0.1 まで 0.1 より下						
重量 %	0	1	37	53	9	0

標準状態の気体 1 L の質量は 550 g/L であつた。

粒子に、水平に対して傾いた、混合機器及び噴霧ノズルを装備した円筒形ドラムからなる噴

動装置を測定するために、粉末 1 g を次の寸法を有する、流出口で閉鎖された漏斗中に充填した。

上部開口の直径	150 mm
下部開口の直径	100 mm
円錐形漏斗部分の高さ	230 mm
下に取付けた円筒形部分の高さ	20 mm
円錐形部分の傾斜角 (水平方向に対して)	75°

比較物質として、次の粒子スペクトルを有する乾燥海浜砂を選択した。

1.5 を越えて 0.8 まで 0.4 まで 0.2 まで 0.1 まで					
重量 %	0.2	11.9	54.7	30.1	5.1

流出口を開放した後の乾燥砂の流出時間は、100 g で評価された。

非イオン性界面活性剤の噴霧量、処理した粉末の嵩密度及び流动試験の結果は、第 I 表から認めることができる。この場合には、流动挙動は処理物質を噴霧混合装置から排出してから

24時間後に初めて調定するのが有利であるので、担体粒子中への非イオン性界面活性剤の添加量は、該時間を必要とすることが判明する。更に、比較生成物は何れも非イオン性界面活性剤40重量%を吸収するのに不適当であり、本発明による生成物は、この添加量で24時間後に普通の組成の噴霧乾燥した洗浄剤の流動性の大きさの程度にある良好な流动性を有することが判明する。この場合、非イオン性界面活性剤の本発明による試料の実験の含量は、なお2.3重量%の値だけ比較試料の含量よりも高いことを考慮することができる。それというのも、既に実施例1による担体粒子は、この量の非イオン性界面活性剤を含有しているからである。従つて、本発明による製剤が卓越していることは明らかである。

表一 比較

界面活性剤 重量%	試験 重量 g/1 15分後 24時間後	流動試験	
		15分後	24時間後
実施例1による蒸留水	2.5 3.5 4.0	611 715 721	580 685 719
スノーライト (Snowlite®)	3.0 3.5 4.0	630 656 585	491 640 553
ゼオライト	2.5	595	575
		85	82
		81	77
		0	0
		0	0

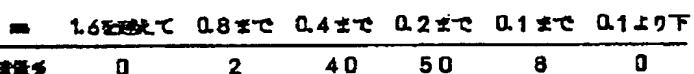
2. 実施例1の記載と同様にして、水3.5重量%を含有する懸濁液を噴霧乾燥した。この懸濁液の温度は83.5℃であり、粘度はこの温度で9200 mPa·sであった。乾燥ガスは、塔の入口で230℃の温度を有し、塔の出口で58℃の温度を有した。噴霧乾燥した医薬性顆粒は、次の組成を有した：

ゼオライトNaA (無水物質に対して)	4.67重量部
共重合体(ナトリウム塩)	5.0重量部
硫酸ナトリウム	0.14重量部
エトキシル化牛脂アルコール(5個のE)	1.56重量部
硫酸ナトリウム	0.6重量部
水	13.6重量部(その中 で8.9重量部は145℃で除去可能)
	67.6重量部

使用したゼオライトは、1~8μの粒度を有し、この場合8μを越える部分は、6重量%であつた。20μを越える部分は、存在しなかつた。ポリカルボン酸としては、平均的分子量70000を有するアクリル酸とマレイン酸と

からの共重合体[ソカラン(Sokalan®)OP 5]がナトリウム塩の形で使用された。エトキシル化脂肪アルコールとしては、エチレンオキシド5モル(5%)と反応させた牛脂アルコール(セチルアルコール30%、ステアリルアルコール70%)が使用された。

諸分析によつて測定された粒子スペクトルは、次の重量分布を生じた：



標準状態の気体1Lの重量は5408/gであつた。

顆粒67.6重量部に、水平方向に対して傾いた、混合機筒及び噴霧ノズルを装備した円筒形ドラムからなる噴霧混合装置[レーディグ(LÖDIGE)-ミキサー]中で非イオン性界面活性剤の溶融混合物で噴霧した。顆粒の温度は20℃であり、界面活性剤溶融液の温度は50℃であつた。界面活性剤混合物は、5個のE

を有する牛脂アルコール 4.1 重量部、5 倍の 50
を有するラクリルアルコール-ミリスチルアル
コール混合物 20 重量部 (2:1)、及び 7 倍
のエタノールと反応させたオレイルアルコール-セチ
ルアルコール混合物 8.3 重量部からなつていた。
冷却後、粘着しない粒状生成物が得られ、その
流動性は、液状非イオン性界面活性剤全部で
3.4 重量% の含量にも拘らず顯著であり、かつ
調査範囲内で実施例 1 による値に相当した。其
重量は 740 g/m² であつた。

代理人弁理士 矢野敏雄

